

中國科學院

1954年金屬研究工作報告會會刊

第四冊

有色金屬

科學出版社

中 國 科 學 院
1954年金屬研究工作報告會會刊

第 四 冊
有 色 金 屬

科 學 出 版 社

1 9 5 5

1954 年金屬研究工作報告會會刊

第 四 冊

有 色 金 屬

編輯者	1954 年金屬研究工作報告會會刊 編 輯 委 員 會
出版者	科 學 出 版 社 北 京 東 皇 城 根 甲 42 號 北京市書刊出版業營業許可證出字第 061 號
印刷者	上海藝文書局鑄字印刷廠
總經售	新 華 書 店

書號：0338	1955 年 11 月 第 一 版
(專) 098	1955 年 11 月 第一次印刷
(通) 0001—1,315	開本：787×1092 1/16
字數：130,000	印張：8

定價：(9) 1.60 元

目 錄

鈷土礦提煉金屬鈷之研究.....	
.....鄒元熾、張學成、沈邦儒、楊倩志、陳念貽、朱燕安、周忠華、方敦輔 (1)	
鈷土礦提煉副產電解錳之研究	鄒元熾、楊倩志、蔣新元、孫建鄂 (31)
流體化床法在冶煉硫化礦方面的應用.....	葉潛沛 (49)
電解法製造銅粉(青銅含油軸承研究報告之一).....	
.....吳自良、沈邦儒、金大康、盧肇基 (59)	
噴霧法製造錫粉(青銅含油軸承研究報告之二).....	
.....吳自良、沈邦儒、金大康、朱燕安 (72)	
青銅含油軸承之壓製及燒結(青銅含油軸承研究報告之三).....	
.....吳自良、鄧基永、黃永書、王乃觀 (84)	
表面銲接硬質合金 (СТАЛИНИТ) 試製研究.....	韓耀文、呂湘提 (103)
無氧銅的製備與檢驗.....	龍 唐 (123)

鈷土礦提煉金屬鈷之研究

鄒元熾 張學成 沈邦儒 楊倩志 陳念貽

朱燕安 周忠華 方敦輔

(中國科學院冶金陶瓷研究所)

一、引言

鈷土礦是由二氧化錳、氧化鈷和其他氧化物組成的複礦，在國內雲南、江西、浙江、福建等省都有出產^[1,2]。惟含鈷量很低，一般在2%以下；最高的達9%，則比較少見。我國的鈷土礦以往多用於瓷器藍彩，尙未能在提煉金屬鈷的原料方面獲得應用。

鈷是一種比較稀少的金屬，用途很廣，如人造石油用的接觸劑、永久磁鐵合金、硬質合金和高速鋼等都需用大量的鈷。因此，從國產鈷土礦提煉金屬鈷的研究，對於我國的工業建設，具有相當重要的意義。

我所關於鈷土礦提煉純金屬鈷的研究，曾有初步結果發表^[3]。1952年8月我所應工業部門的要求，根據已試驗成功的二氧化硫浸出法籌設中間工場，同時對鈷礦富集問題進行研究。在中間工場的籌備期間，我們試驗了鈷土礦的火法治煉，並完成了二氧化硫浸出法的若干改進工作。中間工場試驗在1952年12月17日開始，1953年4月6日結束，共做了4個流程，獲得工廠設計所需要的基本數據。本文是我所關於鈷土礦提煉研究工作的總結報告。關於副產電解錳的提煉，另有專文報告，故不在本文範圍之內。

二、鈷礦砂富集之研究

我國江西、浙江、雲南一帶的鈷土礦含鈷量大都在2%以下，用原礦直接提煉，成本較高。工業部門對我們提出的要求是用選礦方法將鈷量提高至10%，我們的

研究工作集中在磁選方面，對象則以我所提銻中間工場用的江西銻土礦為限。

(一) 礦物鑑定

原礦係黑褐色片狀，切片在偏光岩石鑑定顯微鏡下觀察，其中透明雜石有石英、水礬土等，粒子大小頗不一致。其結構主要呈網狀，如圖 1 至 4 所示，此種結構不利於礦石的壓磨分離。

上列試片中雜石粒子的大小用讀數顯微鏡作大略的測定與估計，結果見表 1。

表 1 雜石粒子大小及多少之估計

粒 子 大 小 毫 米 篩 目	切片中雜石所佔面積之 百分分配估計，%	
0.06~0.10	250~150	15 ±
0.10~0.30	150~48	40 ±
0.30~0.60	48~28	20 ±
0.60~1.0	28~14	10 ±
1.0~2.5	14~8	10 ±
>2.5	>8	5 ±

從表 1 可看出，在選礦過程中要將雜石部分從其他氧化物等分離出來，必需壓碎磨細從 8 到 150 篩目 (2.5~0.10 毫米)，同時進行分次與重複選別。

因為限於設備條件，對礦石組成未能作詳細鑑定。

(二) 化學分析及篩析試驗

選礦工作所用的原料是江西產銻土礦，它的化學分析如下：

CoO	2.11%	SiO ₂	26.99%
MnO ₂	22.5	Al ₂ O ₃	20.06
NiO	0.15	CaO	0.72
CuO	0.29	TiO ₂	2.08
Fe ₂ O ₃	9.94	灼減	15.45
ZnO	未測定		

取礦砂一千克，用 3 吋×6 吋顎形軋礦機壓碎，出口闊度為 50 毫米，其篩析及化學分析結果見表 2 及圖 5。

結果顯示原礦的壓碎抵抗性不強。從分析結果看，粒子愈小，銻錳的成分均隨之減低，說明含銻錳部分的壓碎抵抗性較強；而相反的，含鐵部分與其他雜石比較容易壓碎。



圖1 江西鈷土礦×24 角礫狀

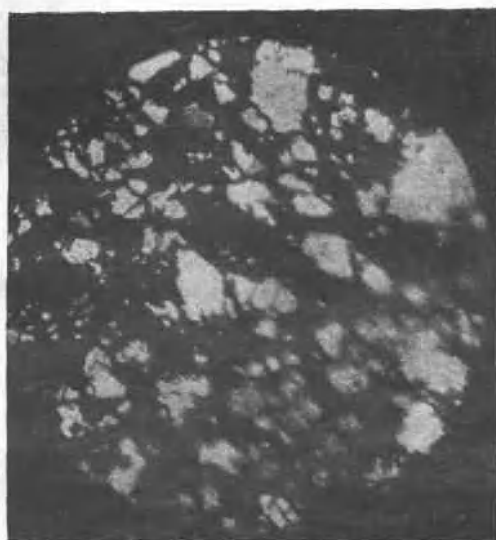


圖2 江西鈷土礦×24 塊狀



圖3 江西鈷土礦×24 網狀



圖4 江西鈷土礦×24 網狀

表 2 篩析試驗及化學分析

粒子大小, 毫米	重 量, 克		成 分, %	
	篩面物重	裝樣重量	Co	Mn
+6.0	69.0	69.0	—	—
-6.0 +5.0	99.7	168.7	1.97	18.88
-5.0 +4.0	167.0	335.7	—	—
-4.0 +3.0	117.3	453.0	—	—
-3.0 +2.0	89.3	542.3	—	—
-2.0 +1.5	53.6	595.9	—	—
-1.5 +1.2	68.4	664.3	1.65	19.2
-1.2 +1.0	32.5	696.8	—	—
-1.0 +0.75	51.8	748.6	—	—
-0.75 +0.60	23.8	772.4	—	—
-0.60 +0.50	19.5	791.9	—	—
-0.50 +0.43	27.3	819.2	1.19	16.8
-0.43 +0.40	0.4	819.6	—	—
-0.40 +0.30	24.6	844.2	—	—
-0.30 +0.25	20.0	864.2	—	—
-0.25 +0.20	5.2	869.4	—	—
-0.20 +0.15	23.4	892.8	1.39	15.04
-0.15 +0.12	18.5	911.3	—	—
-0.12 +0.10	4.8	916.1	—	—
-0.10 +0.09	10.3	926.4	—	—
-0.09 +0.075	9.7	927.1	—	—
-0.075 +0.060	14.5	941.6	1.16	12.57
-0.060	29.0	980.6	1.13	13.08
	980.6			

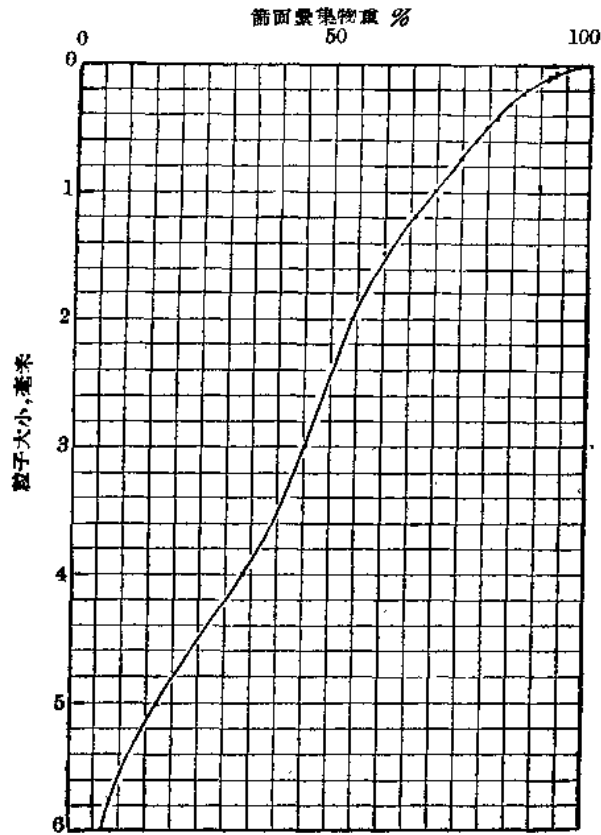


圖 5 鈷礦砂的簡析試驗

(三) 磁選試驗

鈷土礦具有磁性，可望用磁選方法富集^[4,5]。磁選試驗係在一設計簡單之電磁設備上進行，其構造略如圖 6。由調整電流及阻口的大小，礦砂粒子大小，不同焙燒處理作出一系列的磁選試驗，結果摘要分列於後：

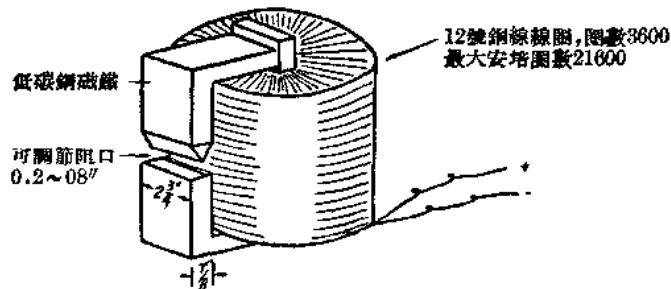


圖 6 實驗用磁選設備，應用範圍，電流 0.8~6.0 安，電壓 20~80 伏

(1) 原礦磁選 在水分烘乾後進行。

表 3 原礦磁選試驗結果

粒子大小, 篩目	條 件	部 分	重量, 克	化 學 分 析, %		
				Co	Mn	Fe
-40 +60 (取重 5 克)	45 伏, 3.5 安, 0.3 吋阻口, 20 伏, 1.0 安, 0.5 吋阻口。 餘下部分。	1	1.2	1.88	15.9	8.50
		2	2.7	2.05	17.6	5.36
		3	1.1	1.47	10.7	3.26
-60 +80 (取重 5 克)	45 伏, 3.5 安, 0.5 吋阻口。 3.3 安, 0.3 吋阻口。 1.0 安, 0.2 吋阻口接觸。 餘下部分。	1	0.7	1.43	11.8	9.26
		2	1.4	1.84	20.03	8.74
		3	1.9	1.73	15.3	4.88
		4	0.8	0.65	4.67	2.01
-80 +120 (取重 5 克)	1.25 安, 0.5 吋阻口接觸分爲 二部分, 按原條件不接觸將第 一部分分爲 ① 及 ②, 5.2 安, 0.3 吋阻口, 將第二部分分爲 ③ 及 ④。	1	0.75	1.57	11.0	9.37
		2	1.15	1.91	20.0	7.45
		3	1.55	2.19	19.8	8.96
		4	1.75	1.78	17.5	4.60
-120 +200 (取重 10 克)	1.0 安, 0.5 吋阻口分爲兩部分, 3.6 安, 0.2 吋阻口, 將第一部分 分爲 ① 及 ②, 1.0 安, 0.4 吋阻口 接觸將第二部分分爲 ③ 及 ④。	1	1.3	1.54	11.0	7.27
		2	1.8	1.48	9.73	7.36
		3	3.4	1.64	10.76	7.06
		4	2.9	1.03	3.76	6.75

原礦具有磁性而選別結果不佳, 鈷及錳含量的相對變化很小, 當係壓碎分離不完全, 及鈷錳部分不易分開所致。

-60 + 80 篩目的選別結果較佳, 似與雜石粒子大小的估計結果符合。

(2) 焙燒及磁選 焙燒溫度用 450°C, 750°C 及 900°C, 以 450°C 的結果較好。表 4 是 450°C 焙燒 4 小時冷卻後的磁選試驗結果。

由表 4 可知 450°C 焙燒 4 小時後磁選的結果, 鈷與錳的比例很少變化, 約在 1:8 左右。由此推測鈷與錳的氧化物可能是結合存在的, 也可能是這兩種氧化物的磁性極近, 以前一情形的可能性較大。

經過焙燒, 強磁性的部分減少, 而含鐵部分的選別性增加, 但粒子愈小, 含鐵部分的選別性也隨之減小。

雜石的分離有進步, 可能是由於趕走水分之後, 吸着作用減小的緣故。根據表 4 的結果, 60 篩目以下的至少有 20% 可以考慮作為尾砂棄去。結合水法提鈷來考慮, 設原乾礦含鈷 1.8%, 經過處理去掉 32% 的水、揮發物及尾砂。有利方面是去

表 4 450°C 焙燒 4 小時磁選試驗結果

粒子大小, 篩目	條 件	部 分	重量, 克	化 學 分 析, %		
				Co	Mn	Fe
-10 +40 (取重 10 克)	2.0 安, 0.4 吋阻口	1	1.92	2.28	21.7	12.6
	2.0 安, 0.2 吋阻口	2	2.84	2.56	25.0	7.22
	餘下③	3	4.62	2.4	21.1	6.12
	1.0 安, 0.8 吋阻口接觸分出④	4	0.60	0.79	6.18	4.19
	焙燒之原礦	5	—	2.34	21.9	6.80
-40 +60 (取重 5 克)	1.5 安, 0.5 吋阻口	1	0.9	2.21	19.9	9.02
	3.2 安, 0.25 吋阻口	2	1.2	2.43	24.2	7.66
	0.6 安, 0.8 吋阻口接觸吸出③	3	1.9	2.17	19.5	4.82
	餘剩④	4	1.2	1.21	10.3	4.07
	焙燒之原礦	5	—	2.01	18.0	6.93
-65 +80 (取重 5 克)	4.3 安, 0.35 吋阻口分為兩部分,	1	0.65	2.10	18.5	12.3
	3.5 安, 0.45 吋阻口, 將第一分	2	1.5	2.49	24.0	7.51
	分為①及②	3	1.2	2.16	18.7	8.51
	3.5 安, 0.2 吋阻口, 將第二部分	4	1.56	1.08	6.58	5.52
	分為③及④	5	—	2.06	18.2	7.88
-80 +120 (取重 5 克)	3.6 安, 0.45 吋阻口分為兩部分,	1	0.7	2.01	19.9	11.8
	3.0 安, 0.4 吋阻口, 將第一分	2	2.1	2.40	25.0	8.3
	分為①及②	3	0.85	—	—	—
	3.0 安, 0.2 吋阻口將第二部分	4	1.45	0.79	8.0	5.07
	分為③及④	5	—	1.90	18.3	7.95
-120 +200 (取重 5 克)	2.7 安, 0.5 吋阻口	1	0.95	2.17	16.6	9.99
	2.7 安, 0.3 吋阻口, 吸出②	2	1.0	2.39	15.8	8.7
	餘下③	3	2.1	1.94	16.0	7.35
	0.6 安, 0.8 吋阻口接觸吸出, 餘	4	0.95	0.57	1.61	3.71
	下④, 吸出部分再分為①②③	5	—	1.80	11.9	7.15
	焙燒之原礦					

掉大部分雜石如石英,使過濾較易,並且增加機械設備的效能;但在另一方面,損失了 7% 的鎢,增加了焙燒及磁選的費用,而礦砂的品位提高不多。

(3) 還原焙燒後磁選 我們用煤粉,木炭粉及煤氣為還原劑,在 450~700°C 還原焙燒,冷卻後進行磁選。用煤粉或木炭粉 700°C 還原焙燒的磁選結果,與空氣中 900°C 焙燒的結果差別不大。用煤粉 500°C 焙燒的結果,也與空氣中 450°C 焙燒基本上相似。最後,用煤氣 450°C 焙燒 4 小時冷卻後進行磁選,結果見表 5。

表 5 煤氣 450°C 焙燒後磁選結果

粒子大小, 毫米	條 件	部 分	重量, 克	化 學 分 析, %		
				Co	Mn	Fe
-10 篩目 >1.0 (取重 5 克)	1.4 安, 0.8 吋阻口	1	0.74	2.26	17.8	12.8
	1.4 安, 0.6 吋阻口, 吸出餘 ④	2	1.8	2.64	20.07	3.42
	1.4 安, 0.7 吋阻口將吸出部分 分爲②及③	3	1.7	1.74	6.4	2.47
		4	1.0	1.49	—	1.91
-1.0 +0.6 (取重 5 克)	1.4 安, 0.8 吋阻口	1	1.21	2.47	15.5	9.9
	1.4 安, 0.7 吋阻口	2	1.14	2.46	15.4	4.14
	1.4 安, 0.6 吋阻口	3	2.19	1.95	18.6	2.74
	餘④	4	0.71	1.4	17.2	1.91
-0.6 +0.4 (取重 5 克)	1.2 安, 0.8 吋阻口	1	1.42	2.5	13.5	10.04
	1.2 安, 0.7 吋阻口	2	1.52	2.45	16.9	4.07
	3.0 安, 0.5 吋阻口	3	1.73	1.89	19.5	2.34
	餘④	4	0.55	1.86	14.3	1.96
-0.4 +0.25 (取重 5 克)	3.2 安, 0.8 吋阻口分爲二部分	1	1.2	2.18	15.55	12.5
	1.2 安, 0.8 吋阻口分爲①及②	2	2.4	2.56	17.9	4.9
	3.2 安, 0.5 吋阻口, 將第二部 分分爲③及④	3	1.15	2.12	19.35	8.2
		4	0.4	1.175	5.7	1.89
-0.25+0.10 (取重 5 克)	1.2 安, 0.8 吋阻口	1	1.5	1.63	—	15.85
	3.2 安, 0.7 吋阻口	2	1.4	2.31	6.35	5.38
	3.2 安, 0.4 吋阻口	3	1.4	1.84	18.0	3.14
	餘④	4	0.6	1.09	10.05	1.75

經過處理後礦砂的磁性全面增加, 由表 5 可知含鈷錳部分已受到影響, 鈷與錳的比例也發生了顯著的變化。雖分析結果金屬鈷含量很少, 但鈷土礦已發生若干程度的分解則可斷言。

此種情形對於磁選並無幫助, 因各部分含鈷均在 1% 以上, 無可作為尾砂棄去。從選礦的角度來看, 此種氣體還原焙燒之研究也無繼續進行之必要, 磁選試驗亦就此告一段落。

三、火法冶煉之研究

一般貧礦的提煉以採用水法爲宜, 但在煤電都很便宜的情況之下, 亦可考慮用火法治煉。假定原礦含鈷 2%, 熔渣中含鈷 0.4% (此數字係參考銅與鎳的冶煉而得), 則鈷的回收率可達 80%, 並不算低。因此, 我們用江西鈷土礦爲原料, 做了以下的試驗。

表 6 鉛土礦的硫化焙煉試驗

試數	配 料, 克	原料處理	焙煉 時間	最高 溫度	坩 埚	渣重 克	渣中含 鉛量 %	冰 鉛 成 分, %					鉛在渣中 的損失 率, %	備 考
								Co	Fe	Mn	S	其他		
1	礦粉 1000 乾石膏 150 木炭 50 石灰粉 150 銀木屑 20 黏結劑 400 (8%黏粉) 熔渣 50	製成礦 粉重為 1047.4 克, 烘 乾後重 1406.8 克	1 小時 20 分	1380°C	8# 石墨坩堝	935	0.43	30	50	2.7	—	—	25.0	冰鉛中大部分為金屬狀態 的鉛和鐵, 溫度係用光學 高溫計直接測得, 未加校 正, 估計實際溫度比圖出 溫度約高 50°C, 以下均 同。
4	礦粉 1000 黃砂 200 硫化鈉 200 (50%Na ₂ S)	混合之 粉末	—	—	8# 石墨坩堝	930	0.37	35.6	—	—	—	—	21.2	冰鉛含硫較第 1 次試驗為 多, 礦粉為 40~60 雜目。
5	礦粉 1000 黃砂 200 硫化鈣 170 煙煤 10	—	—	—	8# 石墨坩堝 雜石灰砂及 火磚末	1040	—	—	—	—	—	—	—	因 SiO ₂ 太多, 渣很黏, 流 動性很小, 故冰鉛不能全 部集中於底部, 礦粉為 40~60 雜目。
6	礦粉 1000 乾石膏 140 煙煤 55	—	—	—	8# 石墨坩堝 雜石灰砂	921.5	0.53	25.10	35.13	2.88	9.7	—	31.2	同上
9	礦粉 1000 黃鐵礦 50 煙煤 40 黃砂 65	—	1 小時 15 分	1380°C	8# 石墨坩堝	773	0.55	21.00	52.41	3.9	17.93	—	18.2	礦粉通過 100 雜目。 冰鉛內鉛分析有誤。
13	礦粉 1000 黃鐵礦 110 煙煤 40 黃砂 45 銀木屑 3 黏粉 5 水 100	製成礦 粉烘乾 後重 1153 克	—	—	8# 石墨坩堝	847	0.15	12.2	56.5	4.4	19.84	—	9.0	溫度因高溫計電池用完未 測定。

表 7 鉍土礦的還原熔煉試驗

號數	配 料, 克	原料處理	熔 煉 時 間	最 高 溫 度	渣 重 克	渣中含 鉍量 %	合金重 克	合 金 成 分 %			鉍在渣液 中的損失 率, %	備 考
								Co	Fe	Mn	其他	
7	礦粉 1000 木炭 16 石灰粉 55 木屑 5 螢石 20		2 小時 19 分	1350°C	960	0.15(?)	100	13.0	67.42	1.6		原料細度全通過 100 篩目, 礦粉預先烘乾。
8	礦粉 1000 煙煤末 60 石灰粉 56 木屑 5 麵粉 10 水 120 螢石 20	做成礦結 重 1249.4 克烘乾後 重 1102.2 克	1 小時 28 分	1430°C	746.5	0.43(?)	51.5	16.0	69.14	0.65	20.4	
10	礦粉 10,000 煙煤末 600 黃砂 405 木屑 25		2 小時 24 分	1400°C	458.4	0.18	400	20.9	65.0	2.6		礦粉未烘乾, 故加入爐中 渣出很多 (約為 40%)。
11	礦粉 10,000 煙煤末 600 黃砂 405 木屑 25 麵粉 80 水 800 螢石 250	做成礦結 共重 11889.6 克烘乾後 重 10663 克	2 小時 42 分	1470°C	686.5	0.09	655	19.3	61.0	3.4	4.6	
12	礦粉 10,000 煙煤末 600 黃砂 405 木屑 25 麵粉 80 水 800 螢石 200	做成礦結 共重 11875 克 烘乾後重 10872 克	3 小時 15 分	1470°C	759.8	0.02	735	21	68	2	0.8	第 10, 11, 12 次試驗是在 一個坩堝內連續熔化的, 出爐時溫度高於 1470°C, 約在 1500°C 左右。

(一) 硫化熔煉

硫化熔煉之目的是得到冰鈷，再焙燒成硫酸鈷而用水浸出。我們希望銅、鈷、鎳的氧化物與一部分氧化鐵成為硫化物，同時鹼性氧化物與酸性氧化物造渣棄去。溶渣的矽酸度採用 1.1~1.2。

我們試用石膏，硫化鈣，硫化鈉及黃鐵礦等與礦砂配合熔煉。第 1, 4, 5, 6, 9 次試驗，熔渣含鈷都相當高，第 13 次熔煉試驗結果，熔渣含鈷僅 0.15%，比我們所預期的為低。試驗數據見表 6。

(二) 還原熔煉

我們在配料時加入適量碳分以使銅、鈷、鎳還原成金屬， Fe_2O_3 及 MnO_2 還原成 FeO 及 MnO ，實際上因用石墨坩堝熔煉，故鐵亦可大部還原成金屬。我們從 $\text{MnO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 平衡圖^[6]得知熔渣流動性較好的區域很大。當 $\text{MnO} = 23 \sim 27\%$ ， $\text{Al}_2\text{O}_3 = 27 \sim 31\%$ ， $\text{SiO}_2 = 44 \sim 49\%$ 時，熔渣的熔化溫度約為 $1320 \sim 1350^\circ\text{C}$ 。

在大多數實驗中並加入一些螢石，以增加熔渣的流動性。試驗結果見表 7。

以上試驗 12 的熔渣僅含鈷 0.02%，遠比我們所希望者為低，大約溫度高，時間長為主要原因。

四、水法提煉之研究

水法提煉是我們研究的重點，這方面的工作也開始得最早。我們過去的工作可分為（一）鈷的浸出，（二）浸出液中鐵、鋁、銅、鋅等雜質的提淨，（三）鈷與錳的分離，（四）硫化鈷的煅燒，（五）鈷的電解等項來報告。

(一) 鈷的浸出

浸出部分工作所用的原料多係浙江產的鈷土礦，其化學分析如下：

CoO	3.3%	TiO ₂	1.1%
MnO ₂	25.5	Fe ₂ O ₃	10.6
NiO	0.3	Al ₂ O ₃	16.0
ZnO	0.1	SiO ₂	18.9
CuO	0.2	水分	5.1
BaO	1.0	灼減	15.4

和江西鈷土礦一樣，礦砂軋碎後，粗粒部分含鈷較高，細粒部分較低，各部分含鈷量如下：

篩目	20~60	60~80	80~100	100~200	200 以下
鈷量%	3.0	2.8	2.6	2.1	1.9

我們所用的溶劑有硫酸，鹽酸，硫酸低鐵及二氧化硫四種，浸出試驗結果分述於後：

(1) 硫酸浸出法 初步試驗證明硫酸濃度達 25% 所能浸出的鈷量仍不高，當加熱至硫酸發烟時，鈷方全部浸出。因此，在工業應用恐有困難。仿照軟錳礦提煉電解錳的方法，我們做了還原焙燒後用硫酸浸出的試驗。結果見表 8。

表 8 硫酸浸出法試驗結果

礦砂及還原焙燒條件	硫酸用量 克/克礦砂	浸出條件	錳的浸出率 %	鈷的浸出率 %
江西鈷土礦 (100~200 篩目)	1.50	硫酸濃度 36%， 煮沸 1 小時		91
加松烟約 25% 在 800°C	1.12			89
焙燒 4 小時	0.75			80
浙江鈷土礦 (100~200 篩目)	1.50	硫酸濃度 5%， 煮沸 1 小時	100.0	89.8
在煤氣中焙燒 3 小時	1.00		90.0	89.3
溫度 700~800°C	0.75		83.6	89.0
	0.50		73.0	80.2

由上可知還原焙燒後用稀硫酸 (5%) 浸出是可能的。每克礦砂約需用硫酸 0.75 克，鈷的浸出率可達 90% 之譜。

(2) 鹽酸浸出法 初步試驗證明，鹽酸濃度以 1:1 為宜，完全浸出每克礦砂 (100~200 篩目) 需用 1:1 鹽酸 10 毫升，浸出條件為煮沸半小時。除了需用大量鹽酸外，此法之另一困難為設備材料問題。因此，我們將浸出溫度降低至 60°C 以下，得試驗結果見表 9 (原料用江西產鈷土礦)。

表 9 鹽酸浸出法試驗結果

試驗項目	礦砂細度的影響		溫度的影響		時間的影響		用酸量的影響	
試驗號數	(1)	(2)	(2)	(3)	(4)	(5)	(2)	(6)
礦砂細度，篩目	60	100	100	100	100	100	100	100
鹽酸(1:1)量毫升/克礦砂	5	5	5	5	5	5	5	4
浸出溫度，°C	55	55	55	33	55	55	55	55
浸出時間，小時	4	4	4	8	3	6	4	4
鈷浸出率，%	95.8	98.2	98.2	96.3	97.5	99.7	98.2	95.2

由表 9 可知在 50~60°C 用鹽酸浸出，適宜的浸出條件是細度 100 篩目，時間 3~6 小時；1:1 鹽酸的需用量，每克礦砂約為 4~5 毫升。

(3) 硫酸低鐵浸出法 我們起初祇用硫酸低鐵溶液來處理礦砂，結果鈷的浸出率在 80% 以下。我們推測可能是因為反應時生成 $\text{Fe}(\text{OH})_2$ 沉澱，礦砂粒子被包圍，致反應不易進行。因此，我們加入一些硫酸作試驗，結果見表 10。

表 10 硫酸低鐵浸出法試驗結果

礦砂細度 篩目	浸出時間 小時	浸出溫度	$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 用量 克/克礦砂	硫酸用量 克/克礦砂	鈷浸出率 %
200	1.5	煮沸	1.50	0.30	100.0
200	18	常溫	1.50	0.30	99.1
100~200	1.5	煮沸	1.72	0.28	99.0
100~200	24	常溫	1.69	0.27	98.7

我們所用硫酸低鐵溶液的濃度是 8~36% (當溫浸出必須用濃液)。另外的實驗證明硫酸的用量可減少至礦砂的 20%，硫酸低鐵的用量則已不能減低。由上可知，常溫與加熱浸出，鈷之浸出均可完全，但常溫所需時間太長，故仍以加熱浸出為宜。

(4) 二氧化硫浸出法 我們起初用 6% 亞硫酸作浸出試驗，結果鈷的浸出可完全。惟亞硫酸容積龐大，操作不易，在工業上不宜採用。因此，我們用二氧化硫氣體通入礦漿中作數次試驗，結果見表 11。

表 11 二氧化硫浸出法試驗結果

礦砂重量	礦砂細度 篩目	SO_2 用量	溫度 °C	時間 小時	水用量 千克	鈷的浸出率 %	錳的浸出率 %	備註
25 克	100~200	超量	70	3	0.2	96	—	
1 千克	100~200	超量	70	—	3	92	—	
10 千克	100~200	3 千克	常溫	19	20	85 (170 克)	82 (1020 克)	浸出時放出 熱量溫度升 至 40~45°C

應該指出，在我們的實驗中，不及起作用的 SO_2 氣體任其逸出於大氣中，若能以三、四個礦漿浸出器串連之， SO_2 的需用量應可減低。

(二) 浸出液的提淨

浸出液含有鐵、鋁、銅、鋅等雜質，在鈷錳分離以前須先予以除去。通常所用的方法是加碳酸鈉或碳酸鈣中和，使 pH 為 4~5，然後加熱至 60~70°C，通入空氣使